

# Identification de la typicité aromatique de la Négrette et facteurs viticoles influents

Carole FEILHES<sup>1</sup>, Eric SERRANO<sup>1</sup>, Nicolas GARCIA<sup>2</sup>, Alain ESCARGUEL<sup>3</sup>,  
Dorian CARCENAC<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Institut Français de la Vigne et du Vin – Pôle Sud-Ouest Pôle Sud-Ouest - V'Innopôle Brames Aigues BP 22 - 81310 LISLE/TARN

<sup>2</sup>Syndicat des vins de Fronton, 140 allée du Château BP15, 31620 FRONTON

<sup>3</sup>Conseil Général de la Haute-Garonne, 31620 FRONTON

Email: [carole.feilhes@vignevin.com](mailto:carole.feilhes@vignevin.com)

**Résumé :** La typicité des vins de l'appellation Fronton est depuis son origine fortement marquée par le cépage Négrette et se caractérise par un bouquet aromatique complexe dominé par la violette, la réglisse et le poivre. Cette caractérisation a fait l'objet d'une étude approfondie afin de mieux cerner les molécules responsables de cette typicité (dans le raisin et dans le vin). Les résultats montrent que les composés norisoprénoides et notamment la  $\beta$ -ionone, responsable des arômes de violette, sont très influents dans le bouquet des vins de Négrette. Et, depuis 2008, l'hypothèse selon laquelle la  $\beta$ -ionone dérive du  $\beta$ -carotène du raisin est vérifiée. Les teneurs en thiols (3-mercaptohexanol) et l'analyse sensorielle démontrent également un « potentiel thiol » important sur ce cépage. D'autres composés participent au bouquet des vins sans être dominants (esters et acétate), ou ne sont pas ou peu présents (IBMP et DMS). En parallèle, différentes techniques de conduite au vignoble sont testées en 2011 et 2012 sur une parcelle en AOP afin de mesurer leur impact sur les composés d'intérêt et notamment sur la  $\beta$ -ionone. L'étude montre que l'état de maturité des baies est un facteur clef du potentiel aromatique des raisins qui favorise la richesse en  $\beta$ -ionone des vins. Un effeuillage deux faces à la véraison améliore la teneur en norisoprénoides alors que la pulvérisation foliaire azotée (10kg/Ha en 2 apports à la véraison) n'influence pas l'aromatique des vins. Enfin, dans nos conditions expérimentales (1 parcelle, 2 millésimes et niveaux de production), une irrigation pilotée à la véraison (40 mm en 2 apports) permet de maintenir un état de contrainte hydrique modéré jusqu'à la récolte, conditions favorables à la maturation dans l'appellation. Le rendement est peu impacté par les 40mm d'eau apportés et les qualités aromatiques et analytiques des vins sont très proches entre le témoin et les modalités irriguées.

**Mots-Clés :** contrainte hydrique, azote, effeuillage, éclaircissage, irrigation, négrette, pulvérisation foliaire

## Introduction

La Négrette constitue le cépage emblématique de l'appellation AOP Fronton. L'aire de production s'étend sur plus de 1500 ha et occupe plus de 55% de l'encépagement. La typicité des vins de l'appellation est depuis son origine fortement marquée par ce cépage et se caractérise par un bouquet aromatique complexe dominé par la violette, la réglisse et le poivre. A l'instar des travaux réalisés en région par l'IFV Sud-Ouest sur le Colombard (thiols volatils), le Fer Servadou (IBMP), le Manseng et le Malbec (DMS), l'étude entreprise vise d'une part à identifier les molécules aromatiques influentes sur ce bouquet des vins de Négrette et d'autre part à tester des techniques culturales favorisant l'expression aromatique des vins de Fronton (effeuillage, pulvérisation foliaire, irrigation modérée).

## Matériels et méthodes

**Caractérisation du profil aromatique des vins de Négrette :** De 2007 à 2011, 10 à 15 vins de Négrette par millésime sont sélectionnés dans les caves de Fronton pour l'étude. Un jury de dégustation est réuni et une fiche d'analyse sensorielle spécifique à l'aromatique de la Négrette est constituée. Les vins sont analysés sur différents descripteurs aromatiques et jugés avec un caractère typique (TYP) du profil des vins de Négrette ou avec un profil aromatique non recherché (NR). En parallèle, sur ces différents vins identifiés, est analysée toute la gamme des molécules odorantes connues pouvant impacter leur composante fruitée (laboratoire NYSEOS) :

- Esters éthyliques linéaires (hexanoate, octanoate, décanoate d'éthyle)
- Acétates d'alcools supérieurs (isoamyle, hexyle et phényléthyle)
- a- et  $\beta$ -ionones
- b-damascénone
- 3-mercaptohexanol et son acétate
- IBMP

Cette stratégie vise à confronter les résultats des analyses de marqueurs connus de notes florales et fruitées aux données de l'analyse sensorielle, afin de voir si des relations peuvent être établies et de déterminer la composante aromatique la plus influente sur le profil des vins de Négrette.

### Mise en évidence de l'influence de paramètres viticoles sur les teneurs en $\beta$ -ionone dans les vins :

Les travaux 2011 et 2012 se concentrent sur la mise en évidence de l'influence de paramètres viticoles sur les teneurs des vins en norisoprénoides et en thiols (pour 2012). Le protocole expérimental est mis en place sur une parcelle de Négrette située dans l'AOP Fronton, plantée en 2001, enherbée entre les rangs et désherbée sous le rang. Le sol présent est une boubène caillouteuse considérée comme assez superficielle. Le régime hydrique y est irrégulier, pouvant être asséchant en cas de manque d'eau, et hydromorphe en cas d'excès. Les modalités, comprenant un rang témoin, sont mises en œuvre sur des rangs de 60 pieds :

**Irrigation :** Le système d'irrigation utilisé est un système de goutte à goutte suspendu. Deux scénarios d'irrigation sont testés : une irrigation massive de 40mm en deux apports en encadrement de la véraison et une irrigation régulière de la nouaison à la véraison de 40mm (avec un maximum de 14mm hebdomadaires) pour maintenir un état de contrainte non limitante.

**Pulvérisation foliaire :** La pulvérisation foliaire est réalisée sur la base de deux apports de 5 unités d'azote à 20% et 80% du stade phénologique de véraison. Les amendements apportés sont sous forme d'urée formaldéhyde cyclique.

**Effeuillage :** Un rang effeuillé à 100% (sur les 2 faces) fin véraison est comparé à un rang témoin non effeuillé, les autres modalités étant partiellement effeuillées mécaniquement.

Sur chaque modalité, 200 baies sont prélevées et pesées à la récolte pour analyse des paramètres œnologiques classiques (Degré potentiel, Acidité Totale, pH, acides tartrique et malique, anthocyanes, Poly-

phénols Totaux, azote assimilable) ainsi que pour l'analyse du d13C. Ce dernier paramètre reflète le niveau de contrainte hydrique subi par le végétal au cours de la maturation. Le potentiel hydrique foliaire de tige, information sur l'état hydrique du végétal, est mesuré sur chacune des modalités à cinq dates différentes. Ce paramètre fournit une information fiable sur l'état hydrique du végétal en condition de transpiration et semble rendre compte de manière très satisfaisante de la disponibilité en eau du sol. Des valeurs seuils permettent de caractériser l'état hydrique de la plante (Van Leeuwen, 2007).

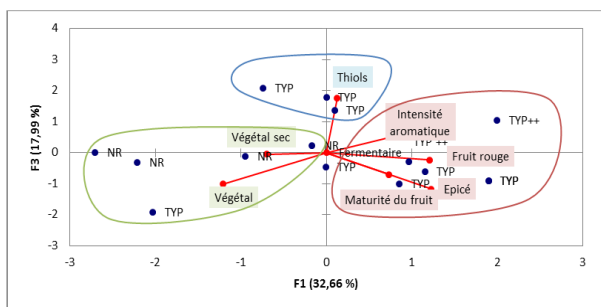
**Tableau I : Valeurs seuils en MPa pour caractériser la contrainte hydrique de la vigne**

Etat hydrique de la vigne	Potentiel foliaire de tige (MPa)
Absence de contrainte	>-0.6
Contrainte légère	[-0.9 ; -0.6]
Contrainte légère à modérée	[-1.1 ; -0.9]
Contrainte modérée à sévère	[-1.4 ; -1.1]
Contrainte sévère	<-1.4

Le rendement (kg de raisins/ pied) est également mesuré et les paramètres analytiques classiques sont déterminés sur les vins finis (alcool, acidité totale, IPT, anthocyanes ...). Les analyses d'arômes sont réalisées par le laboratoire NYSEOS, et la dégustation des vins a réuni un jury expert de l'IFV. Une fiche normalisée, centrée sur la description du fruité des vins, est utilisée.

## Résultats

**Caractérisation du profil aromatique des vins de Négrette :** L'analyse de la dégustation des vins (ex millésime 2010, figure 1), montre que les profils typiques des vins de Négrette sont caractérisés par la perception de notes fruitées et épicées ou par un caractère « thiol » ; alors que les vins au profil non recherché présentent des arômes végétaux décrits végétal ou végétal sec.

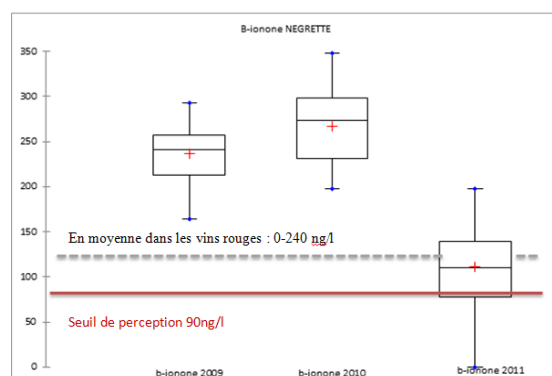


**Figure 1 Analyse en Composante Principale des vins 2010**

L'analyse fine des composés aromatiques (2007 à 2011), en comparant avec les éléments de la bibliographie, nous permet de caractériser la composante aromatique des vins de Négrette :

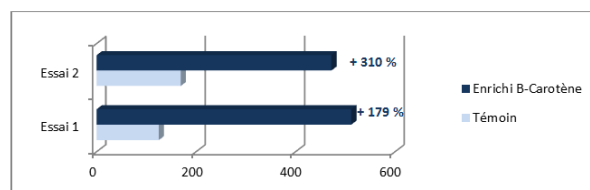
- Une présence importante en dérivés de caroténoïdes : b-damascénone, b-ionone (figure 2). Les teneurs sont comprises entre 50 et 350ng/l selon le millésime mais leur impact olfactif dans les vins de Négrette est majeur au vu de ces concentrations.
- Associé à ces norisoprénoïdes, on retrouve systématiquement dans les vins le 3-mercaptohexanol au-dessus des seuils de perception. Les valeurs moyennes sont comprises entre 200 et 400ng/L. Certains vins (en 2007) présentaient cependant des valeurs beaucoup plus élevées démontrant le « potentiel thiol » important du cépage. En revanche, l'analyse confirme l'absence totale d'acétate de 3MH dans les vins de Négrette.
- Le 3-isobutyl-2-méthoxy-pyrazine (IBMP), responsable de l'arôme de poivron vert, n'est pas présent.

- Les esters sont retrouvés dans des quantités moyennes, notamment l'acétate d'isoamyle. Leur participation au bouquet aromatique n'est pas dominante.
- Les valeurs de PDMS étant moyennes à faibles dans les vins jeunes de Négrette, on peut supposer que le DMS (Sulfure de Diméthyle) une fois révélé ne jouera pas un rôle essentiel dans le bouquet des vins.



**Figure 2 Histogramme de distribution Box-plot analyse de la B-ionone sur les vins de 2007 à 2011**

Les composés majeurs du profil des vins de Négrette sont des composés variétaux, c'est à dire qu'ils existent sous forme de précurseurs dans les baies de raisin. Leur révélation se fait au cours des opérations de vinification : fermentation pour le 3-MH (rôle important des conditions de fermentation : température, azote assimilable, souche de levure), vieillissement pour le DMS et la b-damascénone (importance de la teneur initiale et des conditions de stockage). Concernant les composés norisoprénoïdes (β-ionone, α-ionone), leurs précurseurs sont des caroténoïdes, synthétisés lors des premières phases de formation des baies de raisin jusqu'à la véraison. Ces composés se dégradent ensuite entre la véraison et la maturité pour former des composés norisoprénoïdes libres et conjugués. Cette dégradation des caroténoïdes, pendant la maturation des raisins peut se faire directement en composé norisoprénoïde libre par voie chimique (température, lumière, O<sub>2</sub>) ou par voie enzymatique (dioxigénase), avec la formation de composés glycosylés non aromatiques et révélés en fermentation par hydrolyse enzymatique et acide (Maria Manuela Mendes-Pinto, 2009). Dans les vins de Négrette, cette hypothèse selon laquelle la b-ionone dérive du b-carotène est vérifiée durant 2 années consécutives avec l'apport de b-carotène exogène (figure 3) qui a provoqué l'obtention de vins enrichis en β-ionone de +310% et 179% par rapport aux vins témoins.



**Figure 3: Teneur en B-ionone dans des vins additionnés de B-carotène en comparaison avec les vins témoins**

L'analyse des précurseurs caroténoïdes sur les baies de Négrette en 2011 au cours de la maturation démontre également la dégradation de ces composés (Tableau 1) entre la véraison et la maturité.

**Tableau II : teneur en précurseurs caroténoïdes dans les baies de raisins de Négrette au cours de la maturation**

	11-août	18-août	23-août	31-août	12-sept
β-carotène en µg/100g	93,9	144,8	108,1	105,1	40,3

**Incidence de la date de récolte :** Des essais menés en 2007 et 2008 montrent qu'un décalage de maturité de 7 jours favorise la richesse en b-ionone des vins (Figure 4). L'hypothèse peut être une plus grande dégradation du b-carotène en b-ionone dans la baie de raisin.

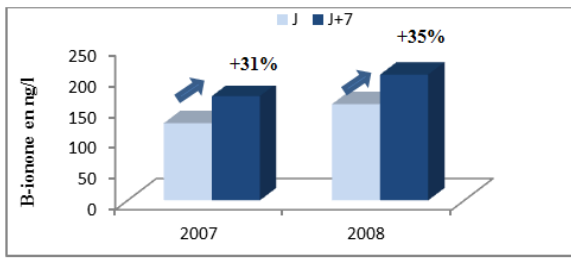


Figure 4: Teneur en B-ionone dans les vins en fonction de la date de récolte J ou J+7 jours

**Incidence de la teneur en azote des baies :** Sur une sélection de 9 parcelles en 2010, l'analyse en azote dans les moûts montre que pour des teneurs en azote inférieures à 150 mg/L, les teneurs des vins en b-ionone sont les plus élevées ( $R^2=0,770$ ). Ces faibles teneurs en mesurées sur moûts indiquent l'existence d'une limitation en fin de maturation sur ces parcelles qui a occasionné un frein à la croissance et une orientation plus précoce vers le métabolisme secondaire.

**Incidence de la pulvérisation foliaire :** Les travaux IFV depuis 2004 montrent que la pulvérisation foliaire d'azote à véraison permet un gain en azote assimilable du moût et une amélioration du fruité des vins issus de cépages dont le potentiel aromatique s'exprime par la présence de thiols variétaux (plus de thiols, d'acétates et esters fermentaires). Les résultats d'essais sur la Négrette de 2011 et 2012, comme cela a été le cas sur d'autres cépages vinifiés en rouge, montrent un gain moindre en azote des moûts (+29% en 2011 et +37% en 2012 par rapport au témoin non traité pour 10kg/Ha d'azote apporté, au lieu des +50% dans le cas des vins blancs), une baisse de quelques points d'IPT observée en 2011 (-10% par rapport au témoin non traité), aucune modification notable de la teneur en norisoprénoides et en thiols variétaux, aucun effet sensoriel à la dégustation.

**Incidence de l'effeuillage :** L'effeuillage 100% fin véraison implique l'augmentation de la teneur en anthocyanes sur raisins (+15% en 2011 et +29% en 2012) et des IPT plus forts à la récolte. Conformément à ce que l'on trouve dans la littérature, la teneur en  $\beta$ -ionone est systématiquement supérieure sur la modalité effeuillée de +50% en 2011 et +21% en 2012. En effet, l'éclaircissement favorise la dégradation des caroténoïdes, les norisoprénoides étant plus abondants dans les baies exposées pendant une certaine période (R. Baumes et al, 2002). En revanche, sur nos essais la perception aromatique sur les notes de violette des vins n'est pas clairement impactée. On peut supposer que l'effet serait perceptible avec des concentrations en norisoprénoides plus élevées sur le millésime.

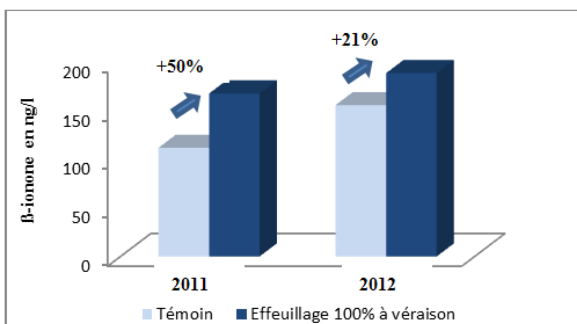


Figure 5: Teneur en  $\beta$ -ionone en 2011 et 2012 sur les vins de Négrette après effeuillage 100% à la véraison et sur les vins témoins

**Incidence de l'irrigation pilotée :** L'apparition d'une contrainte hydrique au cours de la saison peut modifier profondément le fonctionnement physiologique de la vigne et s'installer plus ou moins rapidement suivant les millésimes. En cas de déficit hydrique modéré les effets positifs l'emportent sur les effets négatifs ; alors que des états de contrainte sévère peuvent être défavorables à la qualité des raisins. La question ici est de déterminer l'influence de l'état hydrique de la plante sur le potentiel aromatique des raisins de

Négrette avec la mise en œuvre d'une irrigation modérée à la véraison (40mm en 2 apports) ou plus régulière, de la nouaison à la véraison (40mm en 4 apports). La mesure du potentiel foliaire de tige a permis de suivre l'état hydrique de la plante de la nouaison à la récolte. En 2012 par exemple, le millésime est marqué par un important déficit pluviométrique hivernal qui s'est fait ressentir jusqu'à la récolte malgré des précipitations régulières au cours de la campagne. Le suivi du potentiel hydrique (figure 6) indique qu'un niveau de contrainte hydrique modéré est atteint dès le 10 août pour le témoin et la modalité irriguée à la véraison alors qu'une irrigation régulière a permis de maintenir une plus faible contrainte jusqu'à la mi-véraison (15 août). L'irrigation à la véraison permet ensuite de garder ce niveau jusqu'à la récolte alors que les deux autres modalités atteignent un niveau modéré à sévère jusqu'à la récolte, durant 22 jours (tableau 3). Les résultats du dC13 confirment ces observations (non présenté). En 2011, des écarts de comportements sont identiques même si l'état de contrainte hydrique est plus modéré et arrive plus tard dans le cycle, après le stade de la véraison.

Tableau III : Valeurs moyennes des potentiels hydriques en fin de cycle et résultats de l'analyse statistique des données avec classement au test de Tuckey 5%

modalité	10-août	20-août	06-sept
TEM	-1,250 b	-1,435 b	-1,435 b
IRI REG	-0,923 a	-1,390 b	-1,390 b
IRI VER	-1,178 b	-1,160 a	-1,130 a

Sur les 2 millésimes 2011 et 2012 le scénario d'irrigation à véraison impacte faiblement le rendement (Tableau 4) et le poids des grappes (écart <5% par rapport au témoin), alors que pour une irrigation plus régulière (toujours < 50mm) le poids des grappes est augmenté de 13% par rapport au témoin non irrigué. Les autres paramètres analytiques (sucres, Acidité, indice des polyphénols totaux, anthocyanes..) ne sont pas ou peu impactés (faibles écarts de teneur en anthocyanes retrouvés sur vins entre le témoin et les modalités irriguées (-3% à -7%). En analyse fine, le dosage des molécules aromatiques en 2011 et 2012 (teneurs en thiols et en norisoprénoides) révèle que les modalités d'irrigation n'influent pas sur cette composante aromatique des vins. En dégustation, les profils sensoriels des vins sont similaires sur les 2 millésimes.

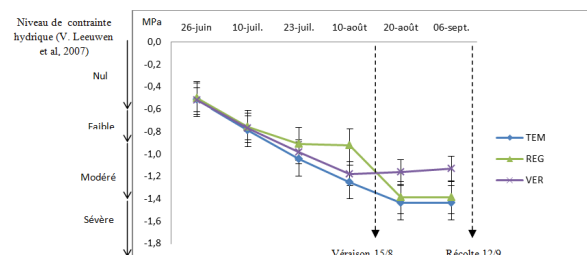


Figure 6: Evolution du potentiel foliaire de tige (en MPa) sur les rangs de la modalité Témoin (TEM), irriguée à la véraison (VER) et irriguée de la nouaison à la véraison (REG)

Tableau IV : Incidence des modalités d'irrigation sur le rendement et sur la qualité des vins obtenus

année	Pluies estivales (mm)	Période d'irrigation	Irrigation (mm)	Poids/grappes en g	Poids/Souche en kg	Tonnes/Ha	Gain	Sucres (%TAP)	Acidité totale	Anthocyanes mg/baies	IPT
2011	96	Véraison	37	184	3.9	17.9	+	12.3	3.0	979	62
			témoin	178	3.7	16.6	-	12.2	2.8	1309	67
2012	137	Nonouaison à véraison	43	155	1.8	8.1	+	12.4	2.28	1695	108
			Véraison	41	141	1.5	6.9	-	13.0	1.82	1666
			témoin	137	1.7	7.7	-	12.2	2.52	1802	106

## Conclusions

L'analyse sensorielle des vins dégustés depuis 2007 couplée aux analyses fines montre que les composés responsables de la typicité des vins de Négrette sont des composés variétaux, c'est-à-dire qu'ils

existent sous forme de précurseurs dans les baies de raisin. Les composés norisoprénoïdes et notamment la  $\beta$ -ionone, responsable des arômes de violette, sont notés très influents dans le bouquet des vins. L'étude a montré que leur précurseur le  $\beta$ -carotène est présent sur les baies de Négrette et responsable de leur présence dans les vins. Le 3-mercaptohexanol est également dosé au-dessus des seuils de perception et peut constituer un potentiel aromatique important pour ce cépage.

L'état de maturité des baies est un facteur clef du potentiel aromatique des raisins et favorise notablement la richesse en  $\beta$ -ionone des vins. L'impact de pratiques viticoles sur les teneurs de ces composés d'intérêt dans les vins (sur 1 parcelle, 2 millésimes, 2 niveaux de production) montre qu'un effeuillage deux faces à la véraison améliore la synthèse des norisoprénoïdes, l'éclaircissement favorisant la dégradation des caroténoïdes, alors que la pulvérisation foliaire azotée (10kg/Ha en 2 apports à la véraison) n'impacte pas l'aromatique des vins. L'irrigation tardive à la véraison (40mm en 2 apports) a permis de maintenir l'état de contrainte hydrique modéré jusqu'à la récolte conditions favorables pour l'appellation. Le rendement est peu impacté par les 40mm d'eau apportés et les qualités aromatiques (composés aromatiques et dégustation) et analytiques des vins sont similaires entre les modalités.

### Références bibliographiques

- Antonio Cesar Silva Ferreira, Judith Monteiro, Carla Oliveira, Paula Guedes de Pinho Study of major aromatic compounds in port wines from carotenoid degradation Food chemistry 110 (2008) 83-87
- Baumesa R., Wirth J., Bureau S., Gunata Y., Razungles A., Biogeneration of C13-norisoprénoïd compounds : experiments supportive for an apo-carotenoid pathway in grapevines R.baumes et al. Analytica Chimica Acta 458 (2002) 3-14
- Baumes R. Le potentiel aromatique des raisins, un paramètre multiple, compte rendu technique, mondiaiviti Bordeaux, 29 et 30 novembre 2006
- Bessis R., Adrain M., Debord S., Alimentation hydrique de la vigne, un facteur de l'expression du terroir, Revue des oenologues n°137 spécial novembre 2010
- Choné X, Lavigne V, Dubourdieu D, 2003, état hydrique, alimentation en azote et potentiel aromatique du Sauvignon blanc : acquisitions recentes, journée technique regionale - colloque les arômes du vin
- Deloire A. Les potentialités aromatiques du raisin : influence des itinéraires culturaux. Exemple du Sauvignon blanc (Vitis vinifera L.), Paysan du Midi,3144,9-11. Version modifiée le 28 aout 2007
- Deloire A, Carboneau A, Federspiel B, Ojeda H, Wang Z, Costanza P, La vigne et l'eau, progres agricole et viticole, 2003,120,n°4
- Deloire A, Ojeda H., Zebic O., Bernard N., Hunter J.J., Carboneau A. Influence de l'état hydrique de la vigne sur le style de vin, revue internet de viticulture et d'oenologie, 2006, n°19
- Deloire A, Razungles A. Les potentialités aromatiques du raisin : influence des itinéraires culturaux. Mini Revue bibliographique et résultats originaux, revue française d'oenologie, article technique RFOE n°224
- Ferreira A, Guedes de Pinho P, 2004,Nor-isoprenoids profile during port wine ageing-influence of some technological parameters, Analytica Chimica Acta 513 (2004) 169-176
- Maria Manuela Mendes-Pinto, Carotenoid breakdown products the-norisoprenoids in wine aroma, archives of biochemistry and biophysics 483 (2009) 236-245
- Ojeda H, 2007, irrigation qualitative de precision de la vigne, Le progres Agricole et Viticole 124 (7) :133-141
- Payan J.C., Genevet B., Jacquet O., (2009). Impact de l'irrigation sur la qualité et le rendement .Compte rendu technique du colloque EUROVITI-Montpellier. Publication IFV p54-59

Razungles A., Bayonove C.L., Cordonnier R.E., Baumes R., 1987. Etude des carotenoides du raisin a maturite. Vitis, 26, 183 – 191.

Tregat O, Van Leeuwen C, Choné X, Gaudillère JP, 2002, étude de régime hydrique et de la nutrition azotée de la vigne par des indicateurs physiologiques,

Van Leeuwen C, Tréogat O, Choné X, Gaudillère JP, Pernet D, Different environmental conditions, different results : the role of controlled environmental stress on grape quality potential and the way to monitor it. Proceedings- thirteenth Australian wine industry technical conference

Van Leeuwen C, Vivin P, 2008, Alimentation hydrique de la vigne et qualite des raisins, Innovations agro-nomiques 2, 159-167



## Ce qu'il faut retenir

Les composés responsables de la typicité de la Négrette sont des composés variétaux, les norisoprénoïdes, et notamment la  $\beta$ -ionone, responsable des odeurs de violette dans les vins.

Les teneurs en 3-mercaptohexanol mesurées démontrent un potentiel « thiol » dans les raisins de Négrette.

L'hypothèse selon laquelle la  $\beta$ -ionone trouvée dans les vins de Négrette dérive du  $\beta$ -carotène est vérifiée, alors que sa teneur varie fortement en fonction des caractéristiques du millésime.

La maturité favorise la richesse en  $\beta$ -ionone des vins.

L'effeuillage deux faces réalisé à la véraison améliore la synthèse de la  $\beta$ -ionone, l'éclaircissement favorisant la dégradation des caroténoïdes.

La pulvérisation foliaire azotée n'a pas d'effet sur la composante aromatique typique des vins de Négrette.

Le recours à une irrigation modérée (< 50mm) impacte faiblement le rendement et la composition des vins. Une irrigation tardive (2 apports de 20mm à la véraison) permet de maintenir un niveau de contrainte hydrique modéré jusqu'à la récolte, favorable aux conditions de maturation dans l'appellation.